

분말충진법에 의한 Ag/Bi-2223 고온초전도 선재의 제조공정에 관한 연구

金雨坤 · 李浩鎮 · 元東淵 · 洪啓源

韓國原子力研究所

A study on the process for the preparation of Ag/Bi-2223 superconducting tapes
by powder-in-tube method

Woo-Gon Kim, Ho-Jin Lee, Dong-Yeon Won, Gye-Won Hong

Korea Atomic Energy Research Institute, P.O.Box 7, Daeduk Danji, Daejeon 305-333, Korea

초 록 분말충진법에 의한 Ag/Bi-2223 고온초전도선재의 제조방법 및 제조조건에 따른 임계전류밀도를 조사하였다. 전체공정에서 250시간의 열처리 및 2회의 반복가공 조건에서 임계전류밀도가 가장 높게 측정되었다. 이와 같은 결과는 250시간의 열처리에서 고온상이 크게 성장되었으며, 2회의 반복가공으로 결정입자들이 일방향으로 잘 배열되는 공정조건임을 알 수 있었다. 공정별로는 pressing 방법으로 제조한 시편의 임계전류밀도가 $1.05 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ 로 다른 공정에 비해 가장 높았으며, rolling 공정으로는 $0.78 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ 를 갖는 선재를 제조하였다. 7개 및 49개의 세심을 갖는 다심선재를 제조하여 임계전류밀도를 조사하였다. 7개의 다심선재에서 임계전류밀도값은 pressing방법에서 $0.45 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ 였으며, 49개 다심은 rolling방법으로 $0.20 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ 를 갖는 선재를 제조하였다.

Abstract The effects of fabrication method and condition on critical current density of Ag sheathed Bi-2223 superconducting tapes by powder-in-tube method were studied. The highest critical current density (J_c) in the whole process was measured in the repetitive heat treatment of 250 hour and mechanical deformation of 2 times. These results are suggested that the high- T_c phase at the heat treatment of 250 hour was superior and the good grain alignment at the mechanical deformation of 2 times was analyzed by XRD pattern. The highest critical current density obtained by pressing method was $1.05 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ and $0.78 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ in case of rolling method. The multifilamentary wires with 7 and 49 filaments were fabricated to check the applicability of pressing and rolling method for preparing multifilaments wire. The critical current density of 7 filaments tapes prepared by pressing showed $0.45 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ and $0.20 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ for 49 filaments tapes prepared by rolling.

I. 서 론

고온초전도체를 전기저장(SMES), 초전도차석, 송전케이블등의 전력시스템에 실제 응용하기 위해서는 긴 선재 형태로 가공할 수 있어야 하며 동시에 임계전류밀도(critical current density, J_c) 및 기계적 성질이 사용조건에 적합해야 한다^{1,2)}. 지금까지 개발된 고온초전도 선재는 세라믹 초전도체의 취성에 의한 난가공성을 극복하기 위하여 분말 충진법(powder-in-tube method)으로 주로 제조되고 있다. 이 방법은 초전도 분말에 가공성 및 기계적 성질을 부여

하고 분말의 전기적, 열적, 화학적 안정화를 위한 피복재로 은(Ag)튜브를 사용하며, 이 은튜브에 초전도 분말을 채워 소성가공 및 열처리하는 방법이다³⁻⁵⁾. $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}$ (BSCCO) 초전도체는 임계전이온도가 110K로 높으며 냉간가공시 방향성 배열화에 유리하여 선재화에 적합한 재료로 알려져 있다^{6,7)}. 높은 임계전류밀도를 얻기 위해서는 분말의 순도, 선재내 산화물코어의 방향성배열, 분말의 충진밀도, 입자크기등이 고려된다. BSCCO 초전도 선재의 열-기계가공(thermomechanical process)에서 산화물코어의 방향성배열 정도는 임계전류밀도에 큰 영향을

미치는 것으로 Uno등은 보고하고 있다⁹⁾. 최근의 연구결과에 의하면 Ag/Bi-2223 선재를 적절한 기계적 가공과 열처리 방법을 병행함으로써 결정입자의 치밀화 및 방향성 배열화가 개선되는 것으로 알려져 있다^{9~11)}. 최근까지 Sato(5.4×10^4 A/cm²), Yamada(3.3×10^4 A/cm²), Dou(1.19×10^4 A/cm²) 등이 수 cm의 짧은 시편에서 실용 가능한 10^4 A/cm²(77K, 0Tesla)급의 높은 임계전류밀도를 갖는 선재를 제조하였으며^{7,12~14)}, 또한 Sato 등은 100m이상이므로 장선화하여 전기적 열적 기계적특성 시험을 거쳐 고온초전도 선재의 실용 가능성을 조사하여 보고하고 있다¹⁵⁾. 지금까지 시험된 선재가공 공정은 pressing, rolling, cross rolling, differential rolling등이며, 선재의 사용목적에 적합한 형태의 선재 제조방법에 관한 연구가 요구된다.

본 연구에서는 분말충진법으로 제조된 Ag/Bi-2223초전도 선재를 반복압축 및 열처리의 열-기계적 과정으로 제조할때, 여러가지 가공 공정에 따른 임계전류밀도의 변화를 측정하여 선재 제조조건을 조사하였다. 제조된 선재에 대하여 광학현미경 및 SEM사진과 XRD로 산화물코어의 단면 및 방향성 배열등을 비교 조사하였다. 또한 실용가능한 선재개발의 기초단계로서 7개 및 49개의 세심을 갖는 다심선재를 제조하고 임계전류밀도를 측정하여 실용선재 제조에 대한 분말충진법의 활용성을 검토하였다.

II. 분말합성 및 선재제조

본실험에서 고온초전도 선재제조에 사용한 Bi계 초전도 분말은 순도 99.9%의 Bi₂O₃, PbO, SrCO₃, CaO, CuO를 초기원료로 사용하였다. 이들 초기원료들을 칭량하여 최종 분말의 조성이 Bi : Pb : Sr : Ca : Cu = 1.84 : 0.34 : 1.91 : 2.03 : 3.06이 되도록 혼합하였다. 혼합원료는 알루미늄이나 도가니에 담아서 상자로 (box furnace)에 넣은 후 810°C에서 24시간 3회 하소하였다. 매회 하소시 미분쇄를 실시하였으며 최종분말은 200mesh 표준망체에 통과시켜 원료분말로 사용하였다. 선재의 피복관으로는 순도 99.9%의 외경 6mm, 내경 4mm, 길이 120mm인 은튜브를 사용하였고, 전체 선재 제조공정은 그림 1과 같다. 초전도

분말의 은튜브 장입은 초기충진밀도를 높이기 위해 유압프레스를 사용하여 1000kg/cm²의 압력으로 충전하였으며, 충전시 충전압력에 의한 은튜브의 휨변형을 방지하기 위해 소형 맨드릴(mandrel)을 사용하였다¹⁶⁾.

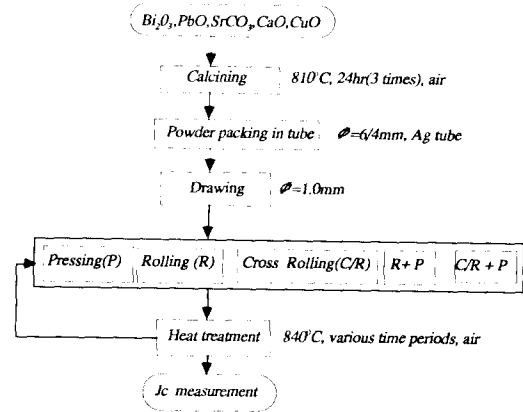


Fig. 1. Lay out of the Ag/Bi-2223 tapes fabrication process.

충진된 시편은 회전단조기(swaging machine)에서 포인팅(pointing)작업을 실시한 후 인발기로 선재를 가공하였다. 사용된 다이는 반경각이 8-9°인 다이를 사용하여 12단계의 인발과정을 통하여 외경 1.0mm까지 가공하였다. 인발공정후 외경 1.0mm, 길이 3-4m로 가공된 선재는 각각 rolling(R), pressing(P), cross rolling(C/R)의 각 방법으로 두께 0.2mm까지 냉간가공으로 테이프 형태로 가공하였고 이후에는 본 연구에서 조사하고자 했던 각 가공방법의 조건에 따라 소성가공 및 열처리를 수행하였다. 이때 rolling의 압연속도(rolling speed, V)는 $V = 1.82\text{m/min}$ 로 하였으며, cross rolling의 가공조건은 rolling과 동일한 압연속도에서 하부롤러의 반복교차회수(Zn)를 $Zn = 1000\text{회/분}$ 으로 하여 시편을 제조하였다. Rolling+pressing(R+P) 및 cross rolling+pressing(C/R+P)의 혼합공정은 측정하고자 하는 최종목표치수의 전단계까지는 rolling 혹은 cross rolling공정으로 가공한후 목표치수를 위한 최종단계에서는 pressing공정을 적용하여 시편을 제조하였다. 이같은 가공방법은 rolling이나 cross rolling의 동적가공방법에 의한 초전도 분말의 불안정한 상태를 최종 정적 pressing작업을 통하여 Jc를 증가시킬

목적으로 시험하였다. J_c 측정을 위한 각 두께 별 시편의 열처리시간 및 제조방법은 Table 1과 같다.

0.2mm의 동일한 두께로 가공된 시편에 대한 열처리 공정은 Ag/Bi-2223 선재조시 Y.B. Huang등¹¹⁾이 최적열처리 온도로 보고한 840°C에서 실시하였으며, 승온속도는 200°C/hr, 유지시간은 840°C에서 150시간 1차 열처리(pre-annealing)한 후 로빙(box furnace)하였다. 이후 제조공정은 그림 1에 나타난 것처럼 pressing, rolling, cross rolling(C/R), rolling과 pressing의 혼합공정(R+P), cross rolling과 pressing의 혼합공정(C/R+P)의 5가지 방법으로 제조하였으며, Table 1에 보인 것처럼 냉간가공으로 테이프의 두께를 각 단계별로 줄이면서 50시간 단위로 4회(총 350시간)의 반복 열처리를 실시하는 방법을 사용하여, 각공정별, 열처리 시간별에 대한 임계전류밀도값을 구하였다. 이때 시편의 두께는 0.2mm부터 최종 0.08mm까지 냉간가공하여 감축하였다.

Table 1. The Procedures of the repeated cold Working and heat treatment of specimens.

No. of processing cycles	Tape thickness(mm)	Heat treatment time(hr)
1st	0.18	200(840°C)
2nd	0.16	250(840°C)
3rd	0.14~0.12	300(840°C)
4th	0.10~0.08	350(840°C)

J_c 의 측정은 Bi계 선재테이프를 40mm 길이로 절단한 후 온도 77K의 무자장(0 Tesla)상태에서 DC-4단자법(four probe method)으로 1 μ V/cm의 전압강하가 생길 때의 전류세기를 측정 한 후 이를 산화물의 단면적으로 나누어 각 시편에 대한 J_c 값을 구하였다. 그리고 선재내 산화물 코어 부분의 단면형태를 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope : SEM) 및 공구현미경 사진으로 관찰하고 X-선회절(X-Ray Diffraction : XRD)로 분석하여 J_c 와의 관계를 조사하였다. 또한 7개 및 49개의 세심을 갖는 다심선재를 제조하여 J_c 를 측정하였다.

III. 결과 및 고찰

1) 제조 방법에 따른 임계전류밀도

고온초전도 선재를 응용하기 위해서는 J_c 가 높으면서($\sim > 10^4$ A/cm²) 재현성을 갖는 초전도선재 제조조건을 확립하는 것이 필요하다. 본 실험에서는 그림 1에 나타난 5가지 공정에 대하여 열처리 시간 및 가공횟수에 따른 J_c 를 측정하였다.

그림 2는 5가지 가공공정에서의 열처리 시간 및 반복가공 횟수별에 따른 J_c 변화의 평균치를 나타낸 그림이다. 전체적으로 가공횟수가 2회이고 총열처리시간이 250시간인 경우에 높은 J_c 값을 나타내었다. 공정별로는 pressing 공정에서 0.89×10^4 A/cm²로 가장 높은 값을 보이며, 그 다음으로는 rolling공정이 0.74×10^4 A/cm²의 J_c 값을 보이고 있다. 이와 같은 결과는 250시간의 열처리시간까지는 저온상 및 CaCuO₂, CuO, (Ca, Sr)₂PbO, (Ca,Sr)CuO₃ 등의 제2상의 비초전도상(nonsuperconducting phase)들의 고온상(Bi-2223)으로 변화된 것으로 보여진다. 또한 이들 상의 성장과 함께 2회의 열-기계적인 반복가공으로 결정입 상호간에 조직의 치밀화로 접촉향상을 이루었으며, 결정입자들이 c-축의 직

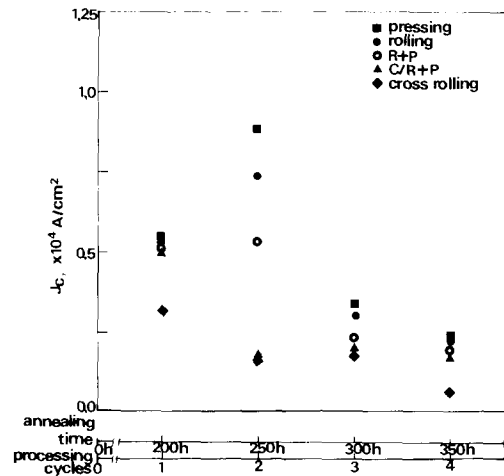


Fig. 2. Effect of sample preparation method and condition on critical current density(J_c) of the Ag/BiSrCaCuO superconducting tapes.

각방향인 일방향으로 잘 배열되는 조건임을 알 수 있다. 장시간의 열처리시간은 고온상의 Bi-2223 화합물들이 열처리시간의 증가에 따라 분해(decomposition)되어 사라지는 것으로 알려져 있으며, 고온상의 증가는 임계전류밀도를 증가시키는 것으로 보고되고 있다¹²⁾.

그림 3(b)(c)는 가장 높은 임계전류밀도값을 보인 테이프 두께 0.16mm에서, 840°C, 250시간 열처리한 시편에 대한 공정별 XRD회절 패턴을 비교한 것이다. 810°C에서 24시간 3회 하소한 초기분말(a) 및 rolling공정(b) 그리고 pressing공정(c)에 대한 XRD회절 패턴이다. 그림(a)는 저온상들이 주류를 이루고 있으며 그의 CaCuO₂, CuO, (SrCa)₂CuO₃, CaO 등의 제2상들이 존재한다. 결정들의 c-축 피크강도는 (b) 및 (c)에 비해 작음을 볼 수 있다. 이들 분말이 250시간의 열처리 및 기계가공을 거치면서 (b)(c)의 경우처럼 고온상으로 변화되었으며, 결정입자들이 c-축의 직각 방향으로 잘 정렬되었음을 알 수 있다. 그림에서 (c)의 pressing 공정은 rolling공정에 비하여 (00l)면의 c-축 피크강도가 크며 이들이 주류를 이루어 일방향으로 잘 정렬되었음을 확인할 수 있다. 따라서 그림 2에서의 pressing공정이 rolling공정에 비하여 임계전류밀도가 크게 됨을 확인할 수 있다. 따라서 고온상(Bi-2223)

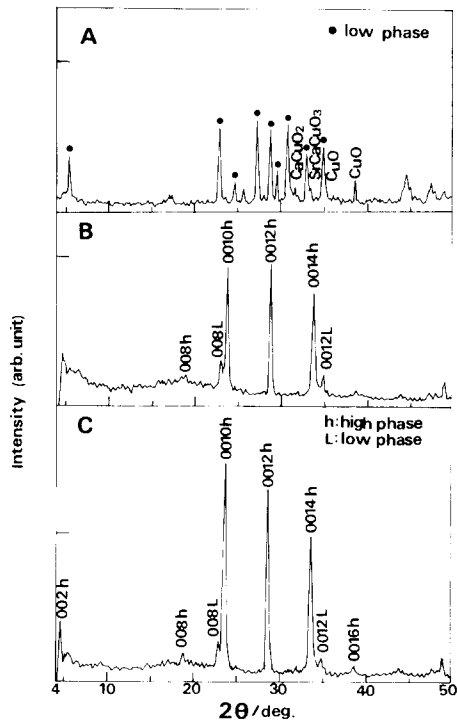


Fig. 3. XRD diffraction patterns of the specimens : (A) calcinated powder, 810°C, 24hrs, 3times. (B) tape prepared by rolling, 840°C, 250hr. (C) tape prepared by pressing, 840°C, 250hr.

의 증가는 저온상(Bi-2212)과 CaCu₂, (SrCa)₂CuO₃, CuO, CaO등의 제2상의 비초전도상들이 감소되는 것으로 볼 수 있다. Wong-Ng 및 Feng등에 의하면, 아래와 같이 상반응이 가능한 것으로 보고하고 있다^{18, 19)}.

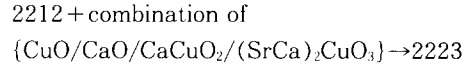


그림 4는 300시간 열처리한 시편의 XRD결과이다. 그림에서 고온상의 피크 강도는 250시간 경우에 비해 다소 높게 나타났으며, 패턴의 형태를 볼때 열처리 시간의 증가로 인한 고온상의 분해는 발생하지 않은 것으로 보인다. 그러나 250시간에 비해 임계전류밀도가 낮아진 이유는 수회의 가공변형(mechanical deformation)으로 인하여 결정들 사이에 미세균열(microcrack)이 유발되고, 이러한 균열들은 약결합(weak-link)의 원인이 된 것으로 생각된다. 이와같은 결과는 산화물 코어가 은튜브보다 경도가 훨씬 크기 때문에 가공응력에 의하여 쉽게 미세균열을 일으킬 수 있기 때문이다^{4, 11)}.

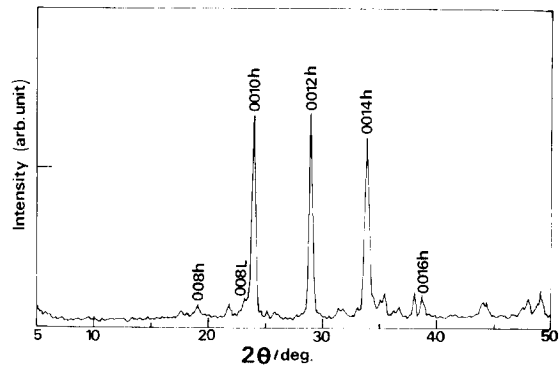


Fig. 4. XRD diffraction pattern of the tapes prepared by pressing, 840°C, 300hr.

그림 5의 SEM사진은 pressing(a), rolling(b), cross rolling(c) 방법으로 제조한 테이프의 길이방향으로 산화물 코어의 파단면을 관찰한 것으로서, grain들이 압축가공 응력에 의하여 테이프의 길이 방향으로 층상형태로 방향성 배열을 이루고 있으며, 판상으로(plate-like grain)로 입자들이 성장되었음을 관찰할 수 있다. 공정별로 관찰하면 pressing(a)방법으로 제조한 경우가 rolling 공정(b)이나 cross rolling공정(c)의 경우에 비해 결정입자들이 크게 성장되어 있으며, 결정입자들의 배열측면에

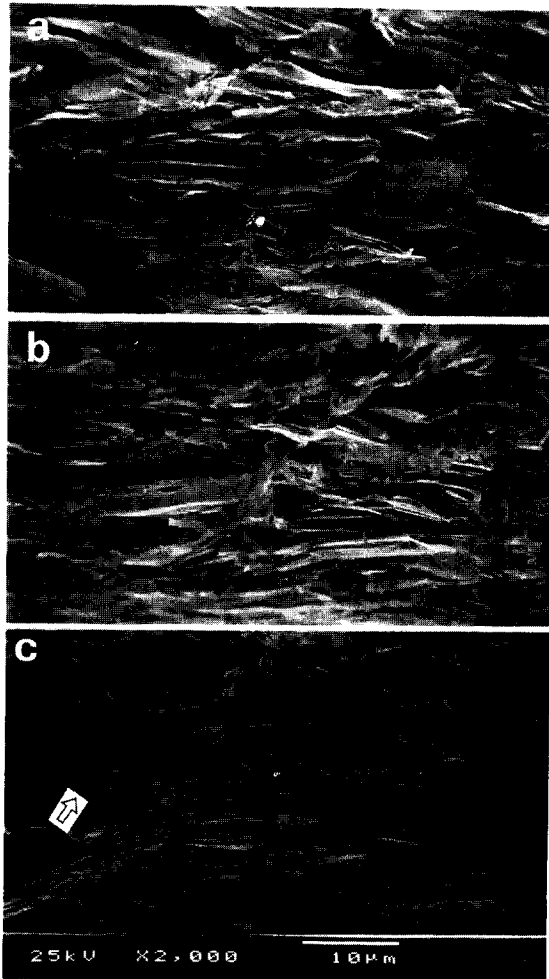


Fig. 5. SEM micrographs of the longitudinal cross section of the Ag/BiSrCaCuO superconducting tape prepared after treating at 840°C for 250hr. (a) pressing, (b) rolling, (c) cross rolling.

서 보면 cross rolling의 경우가 pressing이나 rolling에 비해 불균일하다. 그림에서 보듯이 cross rolling의 경우 화살표 방향으로 결정입자들의 크기 및 배열형태가 불균일한 부분을 관찰할 수 있는데 이는 하부 로울러의 주기적인 반복하중에 의한 것으로 생각된다.

Pressing공정은 테이프가 균일분포 압축 정도에 의해 선재가 가공되므로 압축효과에 의한 조직의 치밀화로 결정입 상호간의 접촉향상을 이룰 수 있다. 그러나 rolling 가공은 그림 6(a)에 나타낸 것처럼 로울러의 회전에 의하여 선재 입구단면(entrance plane)과 중립점(neutral point) 그리고 출구단면(exit

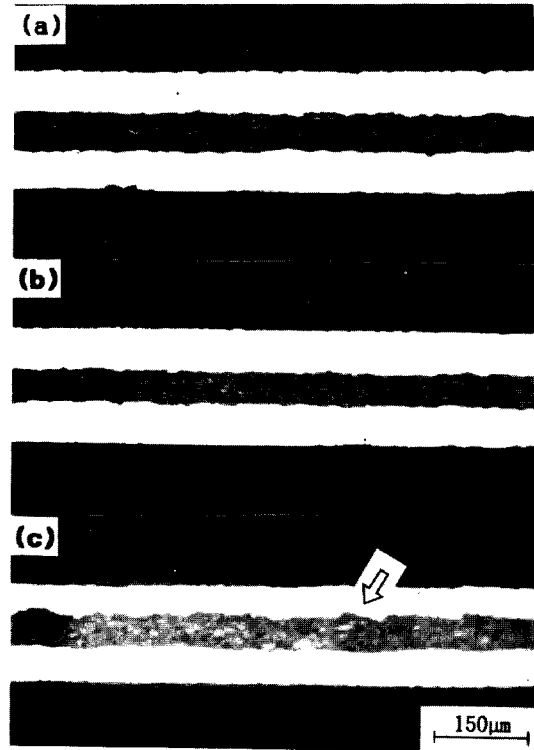


Fig. 6. Cross sectional micrographs for longitudinal direction of the tape prepared by various methods. (a) pressing, (b) rolling, (c) cross rolling.

plane)에서의 압연압력(rolling pressure)이 서로 다른 분포하중으로 작용하여 선재표면에 압축뿐만이 아니라 전단작용으로 주로 선재의 길이방향으로 늘어미 가공을 한다³⁰⁾. 따라서 pressing공정을 한 취성을 갖는 초전도분말이 불안정한 응력상태를 갖는 rolling공정에 비하여 유리하다고 생각되며, 결정립간의 접촉향상 결과로 결정입자들의 크기에서도 rolling가공에 비하여 크게 됨을 알 수 있다.

Cross rolling의 경우 pressing가공이나 rolling가공에 비해 3500A/cm²로 Jc가 낮은 것은 하부 로울러의 좌우, 상하로의 주기적인 운동에 의해 선재를 충격하중으로 가공하기 때문이다. 그림 6(c)에 보인 것처럼 하부로울러의 진동에 의하여 pressing(a)이나 rolling(b) 공정에서의 균일한 단면에 비해, 은과 산화물코어의 경계면에서 화살표방향으로 표시된 불균일한 단면이 나타나고 있음을 확인할 수 있다.

Rolling 및 cross rolling에서 얻어진 선재의 Jc를 향상시키기 위하여 다시 pressing공정을

적용하는 혼합공정을 생각할 수 있다. C/R+P의 혼합공정의 그림 2에 보인 것처럼 cross rolling만의 공정에 비하여 향상된 Jc값을 보여주고 있다. 이것은 cross rolling가공에서의 불균일한 가공을 pressing의 일축압력에 의해 균일하게 분포되도록 하므로써 초전도분말의 상호결합을 도와 Jc를 향상시킨 것으로 보여진다. 그러나 R+P의 혼합공정은 초기 예상과는 달리 rolling만의 공정에 비하여 다소 낮은 Jc를 보였다.

따라서 초전도 선재제조에서 pressing공정 및 rolling공정이 다른 공정에 비하여 Jc에 있

어서 유리한 공정임을 알 수 있었으며, 최적 제조조건으로는 840°C의 열처리온도에서 250시간의 열처리 및 2회의 반복가공조건이 고온상의 생성 및 성장을 촉진하고 방향성 배열에 적합한 제조조건임을 알 수 있다.

각 공정별로 제조된 선재의 최고 Jc값을 요약하면 Table 2와 같다. Table에 보인 것처럼 pressing공정에서 $1.05 \times 10^4 \text{A/cm}^2$, rolling공정에서 $0.78 \times 10^4 \text{A/cm}^2$ 로 전체공정에서 pressing 및 rolling공정이 선재제조에 있어서 유리한 공정임을 알 수 있다. 재현성에서도 선재표면에 일축압력 (uniaxial pressure)을 적용하는

Table 2. Maximum Critical Current Densities(Jc) of the Specimens Produced by Various Processing Methods.

processing methods	pressing(P)	rolling(R)	cross rolling(C/R)	R+P	C/R+P
Jc($\times 10^4 \text{A/cm}^2$)	10.5	7.8	3.5	6.0	5.5
heat treatment hour & processing cycles	250hr, 2times	250hr, 2times	200hr, 1times	250hr, 2times	200hr, 1times

pressing 공정이 $7.0 \sim 8.4 \times 10^3 \text{A/cm}^2$, rolling공정이 $5.2 \sim 7.2 \times 10^3 \text{A/cm}^2$ 으로 안정된 높은 임계전류밀도를 나타내었다. Rolling공정의 경우 pressing공정에 비해 Jc가 다소 낮은 결과를 보였으나 비교적 높은 값을 보임에 따라 상선화에 적합한 공정으로서 향후 공정변수에 대한 상세실험이 요구된다.

2) 두께감축에 따른 초전도테이프의 단면적 변화

초전도선재를 사용하기 위해서는 응용목적에 따라서 적합한 형태 및 크기로 가공하는 것이 필요하다. 선재가공시 pressing, rolling,

cross rolling의 각 공정에 대하여 두께감축비 (thickness reduction ratio, h_0/h_x)에 따른 테이프의 단면적 변화를 그림 7에 나타내었다. 두께감축은 직경 1.0mm 선재를 위의 3가지 방법으로 0.24mm 두께의 테이프형태로 가공한 후, 그 두께에서 각 공정별로 두께감축을 실시하여 단면적의 크기변화를 나타내었다. 실험결과 모든 방법에서 두께감축에 따라 단면적이 감소되었으며, pressing방법이 rolling이나 cross rolling에 비해 감소율이 적었으며, 동일한 두께에서 초전도 산화물의 점유율이 가장 큰 결과를 보였다. Pressing공정은 초전도선재 단면적이 일축압력으로 인해 주로 폭방향 늘어나며 길이방향으로의 증가는 미소하다. Rolling공정의 경우 급속을 소성변형하는데 있어서 그림 8(a)와 같이 근사적으로 두께감축은 압연방향인 길이방향의 증가로 변환되고 폭의 증가는 없는 것으로 알려져 있다²⁰⁾. Cross rolling과 rolling방법에 의한 시편의 단면적은 cross rolling의 경우가 약간 크게 측정되는데 이는 cross rolling가공시 그림 8의 (b)와 같이 하부롤러의 반복교차회수(Zn)에 따른 충격하중에 의한 것으로 생각된다.

임계전류(critical current, I_c) 측면에서 보면 같은 크기의 은튜브를 사용하여 동일한 두께의 선재를 냉간가공할 경우 pressing공정은

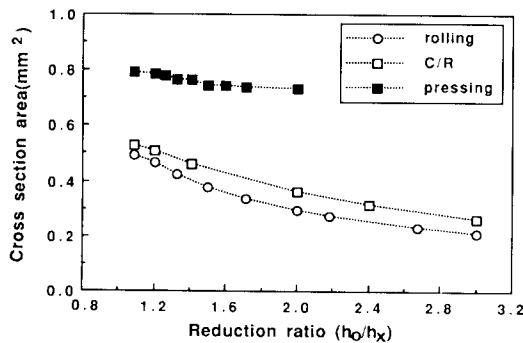


Fig. 7. Dependence of the cross sectional area of the tape to the thickness reduction ratio(h_0/h_x) in the pressing, the rolling and the cross rolling processes.(h_0 : initial thickness, h_x : thickness after reduction)

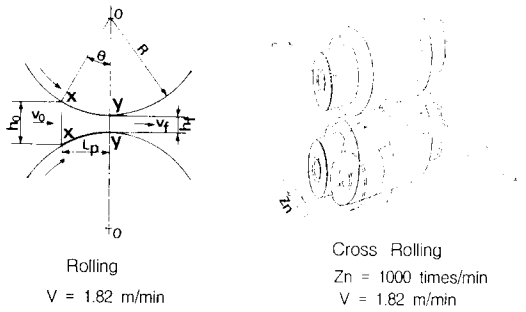


Fig. 8. Schematic diagram of the rolling and the cross rolling process. (a) rolling, (b) cross rolling

rolling공정에 비해 단면적이 커지기 때문에 임계전류를 크게 흘릴 수 있음을 알 수 있다. 본 실험에서 테이프 두께 0.16mm에서 pressing의 경우 산화물 코어의 단면적이 0.0815mm²의 경우 0.0717mm²로 pressing공정이 큰 단면을 보였다.

이상의 실험결과에서처럼 초전도 선재가공시 선재의 사용목적에 따라 적합한 제조방법을 선택할 수 있다. 즉 초전도 자석등에 응용하기 위해서는 장선화가 가능한 rolling방법으로 선재의 특성을 향상시키는 공정개발이 필요한 것으로 생각되며, pressing방법은 전류리드(current lead)등 긴 길이의 선재가 요구되지 않는 경우에 적용가능한 방법이라 할 수 있다.

3) 다심선재의 제조

고온초전도 선재를 초전도 자석등에 응용하기 위해서는 다심선재로 제조되어야 한다. 고온초전도 선재를 이용하여 코일로 권선할때 굽힘응력에 의한 변형상태에 놓이게 되는데, 이때 단심선재의 경우 선재의 강성 및 유연성을 유지하기 어려우므로 기계적 강성을 향상시키기 위해서는 다심화 하여야 한다. 또한 선재를 다심화할 경우 자속점프(flux jump)를 방지하여 선재의 안정화를 이룰 수 있으며, 초전도코어의 단면적을 높여 큰 전류를 흘릴 수 있도록 한다. 따라서 본 연구에서는 7개 및 49개 다심선재의 제조과정을 통하여 각세심 코어들의 단면변화 형태를 조사하고 Jc를 측정하여 고온초전도 다심선재의 실용가능성을 검토하고자 하였다.

7개의 세심을 갖는 다심선재의 제조방법은 그림 9에 나타난 바와 같이 외경 6.0mm, 내

경 4.0mm 은튜브 1000kg/cm² 충전압력으로 충전된 시편을 인발가공으로 직경 1.0mm로 가공한 후 이를 7개 모아 다시 외경 4.8mm, 내경 3.8mm 은튜브 속에 넣어 인발하여 최종 직경이 1.30mm 및 0.95mm로 가공하였다. 또

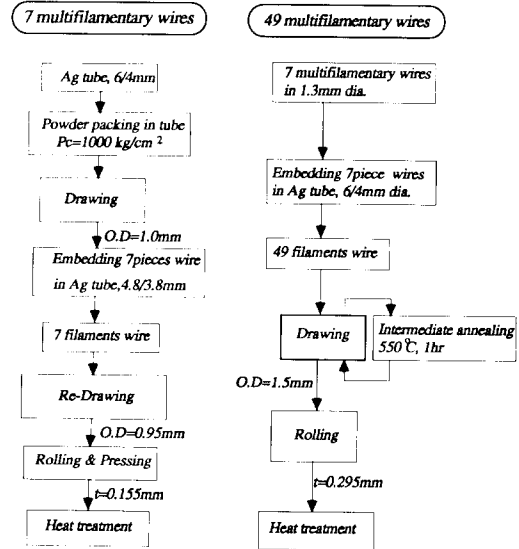


Fig. 9. Experimental procedure for fabricating 7 and 49 multifilamentary wires.

한 49개의 다심선재는 직경 1.30mm의 7개 다심 다발(cluster)을 7개 모아 외경 6.0mm, 내경 4.0mm 은튜브속에 넣어 인발하여 최종직경 1.5mm로 선재를 제조하였다. 다심선재의 인발가공전 각 단계마다 550°C에서 1시간동안 중간 풀림열처리를 실시하여 은의 가공경화를 해소하고 가공성을 좋게 하였다. 인발가공이 완료된 후 7개 다심은 rolling과 pressing방법으로 테이프형태로 가공하여 두께를 줄이면서 Jc를 측정하였으며, 열처리 방법은 단심선재와 같은 방법으로 840°C에서 150시간 1차 열처리하고 이후 50시간마다 열처리를 반복하는 공정을 사용하였다. 49개 다심선재는 rolling가공으로 0.48mm 두께의 테이프형태로 가공한 후 위와 같은 열처리법으로 점진적으로 두께를 줄여가면서 Jc를 측정하였다.

7개 다심의 최고 임계전류밀도는 840°C, 250시간의 열처리조건에서, pressing의 경우 테이프두께 0.18mm에서 4,500A/cm², rolling의 경우 두께 0.30mm에서 1,800A/cm²를 얻

었다. 또한 49개 다심선재를 rolling가공으로 열-기계가공으로 제조할 경우 임계전류밀도 변화를 표 3에 나타내었다.

Table 3. Current Current Density with heat Treatment Hour and Tape Thickness on 49 Multifilamentary Wires by the Rolling

heat treatment hours (tape thickness)	150hr 0.48mm	200hr 0.40mm	250hr 0.30mm
Jc(A/cm ²)	1800	2000	900

7개 및 49개 다심선재의 경우 단심에서 얻은 임계전류밀도(pressing : $1.05 \times 10^4 \text{A/cm}^2$, rolling

: $0.78 \times 10^4 \text{A/cm}^2$)에 비해 감소하는 결과를 보인다. 현재까지 Sato등의 보고된 연구결과에 의하면 고온초전도 선재는 다심화할수록 임계전류밀도가 감소하게 되는 것으로 보고하고 있다¹³⁾. 본 실험에서도 같은 양상을 보이는데 그 이유는 다심화할수록 각 세심 산화물 코어들의 단면적이 단심선재에 비해 상대적으로 적어지기 때문이다. 또한 그림 10(b) 및 그림 11(b)에서 처럼 각 세심들의 치수가 불안정(dimensional instability)하기 쉽고 은과 초전도분말의 경계면은 불균일하여 임계전류밀도에 나쁜 영향을 미칠 수 있기 때문이다.

또한 49개 다심의 경우 Table 3에 처럼 150

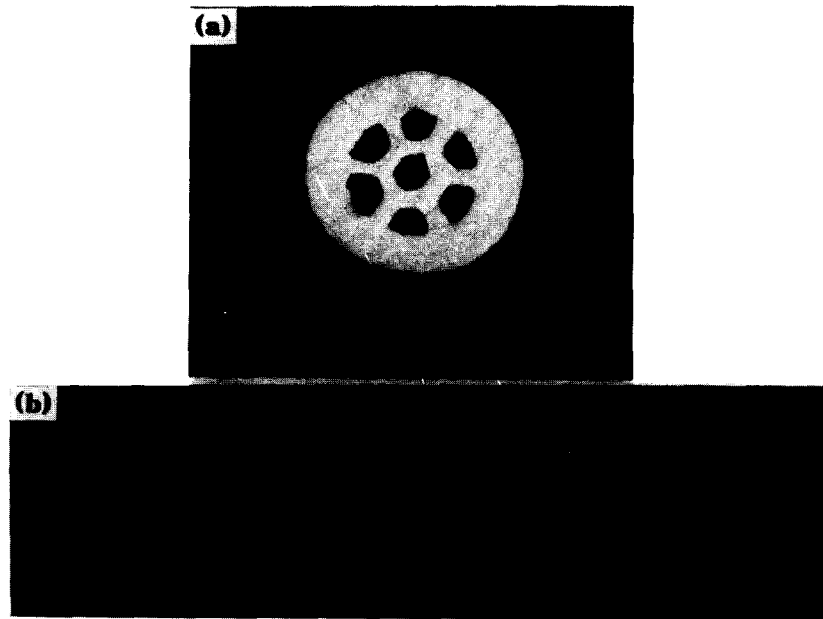


Fig. 10. The cross section of the 7 multifilaments conductor :
 (a) 7 filaments in 0.95mm diameter
 (b) 0.30mm thickness processed by rolling from (a) wire

시간(테이프두께 : 0.48mm) 및 200시간(테이프두께 : 0.40mm) 열처리한 시편에 비해 250시간(테이프두께 : 0.30mm)의 열처리시간 증가에도 불구하고 임계전류밀도가 900A/cm^2 으로 오히려 감소하였다. 이러한 결과는 열처리시간의 증가에 따른 고온상의 증가 영향보다, 각 세심들의 단면적이 적어짐에 따라서 발생할 수 있는 치수 불안정성에 의해 크게 영향을 받는 것으로 생각된다. Rolling가공시 이러한 치수 불안정성은 선재외피 은(Ag)은 심하게 가공경화(work hardening)가 되는 반

면, 선재내 Bi-2223 산화물코어의 전단강도는 일정하게 유지하기 때문에 결국 선재 가공시 은과 산화물코어의 소성변형차이에 의해 은튜브 내의 산화물코어들은 두께가 불안정하며 단면 감소부분(edge drop)이 발생하는 것으로 알려져 있다. 이러한 문제점을 해결하기 위해 Suzuki등은 DS(different speed) rolling방법을 제안하고 있다. 이 방법에 의하면 rolling가공시 상부와 하부 로울러의 속도를 다르게 하여 분말에 일정한 전단흐름을 갖도록 한다. 이렇게 하여 일정한 두께의 선재를 가공할 수 있

어 결국 선재의 임계전류밀도를 향상시킬 수 있는 것으로 보고하고 있다⁶⁾.

그림 10 및 그림 11은 본 실험에서 제조된 7개 및 49개의 다심선재 단면을 보인다. 그림에서 처럼 선재의 바깥부분보다 중앙부분이 심하게 압축변형되고 있는 것을 볼 수 있다. 즉 선재직경 중심부분에서 소성흐름이 양 바깥쪽으로 전달되고 있으며, 단면의 위치에 따라 산화물코어의 크기 및 형태가 조금씩 다르게 나타나고 있다. 이러한 불균일하고 불안정한 세심 산화물 코어들의 단면형태가 임계전류밀도에 나쁜 영향을 미치는 것으로 보여진

다. 따라서 고온초전도 선재의 경우 필요 이상으로 선재의 두께를 줄일 경우 분말자체가 갖는 결함이나 가공시 미소한 불안정한 요인에 의해 임계전류밀도가 크게 영향을 받는 것으로 생각된다.

현재까지 연구에서 고온초전도 선재를 다심화하는 경우 각 세심들의 분말흐름을 안정된 형태로 조절하기 어려우므로 이를 극복하고 임계전류밀도를 향상시키기 위해서는 은의 소성흐름 및 초전도 분말의 흐름에 대한 자세한 해석이 요구된다.

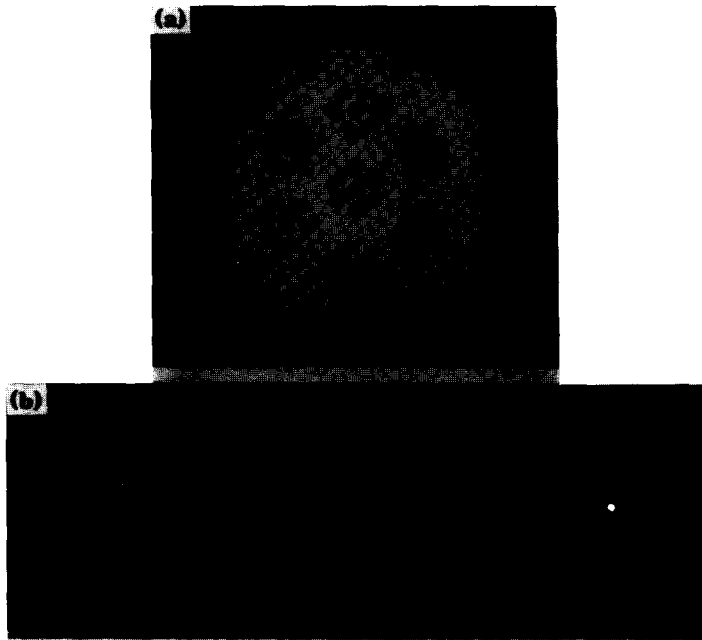


Fig. 11. The cross section of 49 multifilaments conductor :

(a) 49 filaments in 1.50mm diameter

(b) 0.40mm thickness processed by rolling from (a) wire

IV. 결 론

분말 충전법에 의한 Ag/Bi-2223 고온초전도 선재의 제조방법 및 제조조건에 따른 임계전류밀도를 조사하였다. 전제공정에서 250시간의 열처리 및 2회의 반복가공 조건에서 임계전류밀도가 가장 높게 측정되었다. 이와 같은 결과는 250시간의 열처리에서 고온상이 크게 성장되었으며, 2회의 반복가공으로 결정입자들이 일방향으로 잘 배열되는 공정조건임을 알 수 있었다. 공정별로는 pressing방법으

로 제조한 시편의 임계전류밀도가 1.05×10^4 A/cm²로 다른 공정에 비해 가장 높았으며, rolling공정으로는 0.78×10^4 A/cm²를 갖는 선재를 제조하였다. 테이프의 단면적은 두께감축비에 따라 감소되는 경향을 보였으며, pressing방법에 의한 시편의 경우 rolling이나 cross rolling에 비해 단면적 감소율이 적었다. 7개 및 49개의 세심을 갖는 다심선재를 제조한 후 임계전류밀도를 조사하여 응용 가능성을 검토하였다. 7개의 다심선재에서 임계전류밀도값은 pressing방법에서 0.45×10^4 A/cm²였

으며, 49개 다심은 rolling 방법으로 0.20×10^4 A/cm²를 갖는 전체를 제조하였다.

참 고 문 헌

1. H. Mukai, N. Shibuta, et al., *Proceedings of the 3rd ISS*, Japan Sendai, pp607~612, Nov.6~9 (1990)
2. S. Uchaida, T. Katagiri, et al., *Proceedings of the 4th ISS*, Japan Tokyo, pp647~650 (1991)
3. A.D. Nikulin, A.K. Shikov, et al., *Sci. Technol.*, pp17~119, 4 (1991)
4. K. Osamura, et al., *Supercon. Sci. Technol.*, pp1~6, 5 (1991)
5. Y. Feng, K.E. Hautanen, et al., *Physica C*, pp293~305, 192 (1992)
6. M. Suzuki, T. Kimura, et al., *Proceedings of the 4th ISS*, Japan Tokyo, pp56~572 (1991)
7. H. Kruath, K. Heine, et al., *Proceedings of the 3rd ISS*, Japan Sendai, pp613~618 Nov. 6~9 (1990)
8. N. Uno, N. Enomoto, et al., *Advances in Superconductivity*, Proc. 2nd Int. Symp. on Superconductivity (1991)
9. K. Togano, et al., *Proceedings of the 3rd ISS*, Japan Sendai, pp619~624, Nov. 6~9 (1990)
10. T. Kitamura, T. Hasegawa, et al., *Proceedings of the 4th ISS*, Japan Tokyo, pp599~601 (1991)
11. K. Hamdada, S. Kamada, et al., *Proceedings of the 4th ISS*, Japan Tokyo, pp639~642 (1991)
12. Y.B. Huang, G.F. Fuente, et al., *Cryogenics*, Vo 133, No 1, pp117~123 (1993)
13. K.I. Sato, N. Shibuta, et al., *Proceedings of 4th ISS*, Japan Tokyo, pp559~564 (1991)
14. S.X. Dou, H.K. Liu, et al., *Supercon. Sci. Technol.*, pp138~142 (1990)
15. K.I. Sato, N. Shibuta, *Physica C*, pp50~52, 190 (1991)
16. 김우관, 이호진외, 대한전기학회지, 제94권 제1호, pp44~54 (1994)
17. J. Joo, J.P. Singh, et al., *Supercon. Sci. Technol.*, pp421~428 (1993)
18. W. Wong-Ng, C.K. Chiang, et al., *Am. Ceram. Soc. Bull.*, p1261 (1992)
19. Q. Feng, H. Zang et al., *Solid State Commun.*, Vol 78, p609 (1991)
20. 임영희, 손명환, "최신기체공작법", 문운당, pp142~147 (1977)